# HAIR DYE

Publication Number: 07-309730 (JP 7309730 A) , November 28, 1995

Inventors:

☐ KURODA AKIHIRO

# Applicants

☐ KANEBO LTD (A Japanese Company or Corporation), JP (Japan)

Application Number: 06-126879 (JP 94126879), May 16, 1994

International Class (IPC Edition 6):

□ A61K-007/13

#### JAPIO Class:

☐ 14.4 (ORGANIC CHEMISTRY--- Medicine)

#### Abstract:

PURPOSE: To obtain a hair dye capable of coating the surface of hair with particulate powder utilizing properties of strongly flocculating the particulate powder strongly dispersed in a solvent in removing the solvent by dispersing the particulate powder having a specific average primary particle diameter in the solvent.

CONSTITUTION: This hair dye comprises particulate powder, dispersed in a solvent such as water or an alcohol and having an average primary particle diameter within the range of 5-100nm and utilizing the cohesive force of the powder among particles acting thereon in evaporating the solvent for the powder. The particulate powder used herein is preferably blended in an amount within the range of especially 80-100% based on the total powder weight blended in the hair dye. For example, titanium oxide, zinc oxide, gold, silver, platinum, Teflon (R), nylon, a silicone, a urethane or carbon black is used as the particulate powder and complex treated powder or surface treated powder thereof is preferred. Water, an alcohol, an isoparaffin, a cyclic silicone, petroleum ether, a linear hydrocarbon, ethers, isopropylene glycol, a fluorocarbon, etc., are used as the solvent.

#### JAPIC

© 2004 Japan Patent Information Organization. All rights reserved. Dialog® File Number 347 Accession Number 5017130

(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-309730

(43)公開日 平成7年(1995)11月28日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

FΙ

技術表示箇所

A61K 7/13

審査請求 未請求 請求項の数2 FD (全 5 頁)

(21)出願番号

特願平6-126879

(71)出願人 000000952

鐘紡株式会社

(22)出願日

平成6年(1994)5月16日

東京都墨田区墨田五丁目17番4号

(72)発明者 黒田 章裕

神奈川県小田原市寿町 5 丁目 3 番28号 鐘

紡株式会社化粧品研究所内

(54)【発明の名称】 染毛料

(57)【要約】

【目的】手軽に耐久性のある染毛を行い得る染毛料を提供することを目的とする。

【構成】溶媒中に分散されている平均一次粒子径が5~100mmの範囲にある微粒子粉体であって、該粉体の溶媒が蒸発した時に働く粒子間の凝集力を利用することを特徴とする。

# 【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均一次粒子径が5~100nmの範囲に ある微粒子粉体が溶媒中に分散していることを特徴とす る染毛料。

【請求項2】 微粒子粉体が染毛料中の全粉体重量の5 0~100%の範囲で配合されていることを特徴とする 請求項1記載の染毛料。

# 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【産業上の利用分野】本発明は、微粒子粉体の凝集力、付着力を利用することで、毛髪表面に微粒子粉体をコーティングすることを目的とする。さらに詳しくは、溶媒中に強分散した微粒子粉体が溶媒除去時に強く凝集する性質を利用して、毛髪表面に微粒子粉体をコーティングすることで、染毛性に優れた染毛料を提供することを目的とする。

#### [0002]

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】従来、染毛料における染色方法としては、染料を用いて毛髪を染色する方法、樹脂を用いて着色粉体を毛髪に固定する方法などが用いられてきた。

【0003】染料を用いる場合、カラーリンス等の剤型では染まるまでの期間が長いこと、また永久染毛料などの剤型では、染毛の手間がかかる、刺激の出る場合があることなどの問題があった。また、樹脂等の結合剤を用いる方法は手軽に染毛が可能であるが、耐久性に欠ける問題があった。

【0004】本発明人らは、これらの問題点に鑑み鋭意研究した結果、溶媒に強分散された5~100nmの平均一次粒子径を持つ微粒子粉体が溶媒除去される際に生じる強い凝集力、付着力を利用することで、手軽に耐久性のある染毛を行うことに成功した。

【0005】さらに、本方法では毛髪の化学的処理を施さず、微粒子粉体の物理的付着力のみを用いるため、毛髪の損傷も最小限に抑えられる効果がある。

#### [0006]

【課題を解決するための手段】本発明は、溶媒中に分散されている平均一次粒子径が5~100mmの範囲にある微粒子粉体であって、該粉体の溶媒が蒸発した時に働く粒子間の凝集力を利用した染毛料に関する。

【0007】以下に本発明の構成を詳説する。本発明で用いる微粒子粉体は、5~100mの範囲の平均一次粒子径を持つ。5m未満の粉体は活性に富み分散状態が不安定になる傾向にあり、100mを超える粉体は微粒子粉体としての凝集力が不足するため好ましくない場合がある。

【0008】本発明で用いる微粒子粉体は、染毛料中に配合される全粉体重量に対して50~100%、さらに好ましくは80~100%の範囲で配合される。50%未満の粉体量では染毛力が不足する場合がある。また、

微粒子粉体以外の粉体として、有機色素、染料、カーボンブラックから選ばれる粉体1種類以上を配合すること も可能である。

【0009】本発明で用いる微粒子粉体は無機物でも有機物でも構わない。たとえば、酸化チタン、低次酸化チタン、炭化珪素、酸化亜鉛、酸化アルミニウム、酸化鉄、酸化珪素、酸化セリウム、酸化コバルト、チタン酸リチウムコバルト、酸化アルミニウムコバルト、酸化ジルコニウム、金、銀、白金、テフロン、ナイロン、シリコーン、ウレタン、カーボンブラックおよびこれらの複合処理粉体が挙げられる。さらに、シリコーン処理、フッ素化合物処理、シランカップリング剤処理、アシル化リジン処理、脂肪酸処理、金属石鹸処理等の表面処理が施したものも挙げられる。これらのうち、安全性を向上させるため、表面処理もしくは複合化処理が行ってあることが好ましい。

【0010】また、微粒子粉体の製造方法の例として、気相法、液相法、プラズマ法等種々の方法が挙げられるが、いずれの方法を用いても構わない。さらに、製造方法により微粒子粉体間の凝集力が異なる結果、二次粒子径が大きく異なる場合が多いが、本発明では一次粒子径のみ規定の範囲に入っていれば二次粒子径の大きさは問題としない。微粒子粉体の形状は球形、不定型、針状等が挙げられ、球形が凝集力が強く働くために好ましいが、いずれを用いても構わない。なお、平均一次粒子径の測定方法としては、透過型電子顕微鏡(TEM)観察から得られる平均粒子径を用いる。

【0011】本発明では、強い機械的粉砕力を用いて微粒子粉体を解砕することが必要である。微粒子粉体は通常、二次凝集体を形成して安定化しており、粒子間の凝集力は一次粒子単独と比べて大幅に減少している。染毛料使用時により強い凝集力を与えるためにこの二次凝集体を破壊しておく必要がある。機械的粉砕の手法としては、ローラーミル、ペイントシェーカー、ビーズミル、サンドグラインダー、ダイノミル等の装置が挙げられるが、粉砕助剤を用いるなど、粉砕力の強い装置を用いる必要がある。

【0012】本発明で用いる溶媒としては水(精製水)、低級アルコール、イソパラフィン、環状シリコーン、石油エーテル、直鎖状炭化水素、エーテル類、イソプレングリコール、フルオロカーボン等が挙げられるが、溶媒としての機能を有し、安全性の問題がなければ特に限定されない。

【0013】本発明では、粉体以外に従来化粧品に使用されている油剤、界面活性剤、紫外線吸収剤、粘剤、樹脂、殺菌剤、防腐剤、酸化防止剤、香料、色素を配合することが可能である。

【0014】本発明に配合できる油剤および紫外線吸収 剤の合計量は、染毛料100重量部に対して、0.1~ 25重量部であることが好ましい。25重量部以上で は、微粒子粉体の凝集力が阻害され、よく染まらないと いった問題が発生する場合がある。

【0015】また、本発明では染毛効果を高めるため界面活性機能を有する油剤および界面活性剤の内、HLB値が6以下の化合物を1種類以上用いることが好ましい。

【0016】油剤の例としては、例えばセチルアルコール、イソステアリルアルコール、ラウリルアルコール、 ネサデシルアルコール、オクチルドデカノール等の高級アルコール、イソステアリン酸、ウンデシレン酸、オレイン酸等の脂肪酸、グリセリン、ソルビトール、エチレングリコール、プロピレングリコール等の多価アルコール、ミリスチン酸ミリスチル、ラウリン酸へキシル、 オレイン酸デシル、ミリスチン酸イソプロピル、ジメチルオクタン酸へキシルデシル、モノステアリン酸エチレングリコール等のエステル類、流動パラフィン、ワセリン、スクワラン等の炭化水素、ラノリン、還元ラノリン、カルナバロウ等のロウ、ミンク油、カカオ脂、ヤシ油、パーム核油、ツバキ油、ゴマ油、ヒマシ油、オリーブ油等の油脂が挙げられる。

【0017】また、別の形態の油剤の例としては、例え ばジメチルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリ シロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、ポリエー テル変性オルガノポリシロキサン、アルキル変性オルガ ノポリシロキサン、末端変性オルガノポリシロキサン、 フッ素変性オルガノポリシロキサン、アモジメチコー ン、アミノ変性オルガノポリシロキサン、シリコーンゲ ル、アクリルシリコーン、トリメチルシロキシケイ酸、 フッ素・ポリエーテル共変性シリコーン等のシリコーン 化合物、パーフルオロポリエーテル、フッ化ピッチ、フ ルオロカーボン、フルオロアルコール等のフッ素化合物 が挙げられる。この内、ポリエーテル変性オルガノポリ シロキサンやフッ素・ポリエーテル共変性シリコーンは 微粒子粉体の染毛料中での分散安定性確保に適している が、多く配合し過ぎると、溶媒除去時に微粒子粉体間の 凝集力が弱くなるため注意が必要である。

【0018】界面活性剤としては、アニオン型界面活性 剤、カチオン型界面活性剤、ノニオン型界面活性剤、ベ タイン型界面活性剤を用いることができる。

【0019】粘剤としては、寒天、微生物産生多糖類等の天然物、ポリカルボン酸等の合成物、ベントナイト、有機変性スメクタイト、無水珪酸等の無機物等を用いることができる。

【0020】本発明の染毛料の形態としては、溶媒分散型、ムース型、ジェル型、クリーム型、カラーリンス型等の形態が挙げられるが、これに限定されるものではない。また、チューブ、圧力容器、ボトル等の容器形態も

限定されない。

【0021】また、本発明の染毛料を使用する際に、毛 髪上に油剤や樹脂が付着していると、その上に微粒子粉 体の薄膜が形成されてしまい、耐久性が無くなる問題が ある。そのため、事前に洗髪を行った後に、染毛を行う ことが好ましい。

# [0022]

【実施例】以下、実施例および比較例を挙げて本発明を さらに説明するが、本発明はこれらに限定されるもので はない。

【0023】また、本発明において使用した染毛料の評価方法は以下の通りである。

# 【0024】(1)耐温水性評価

実施例および比較例の染毛料を中国人毛の毛束を用いて 染毛した。得られた染毛毛髪を、スターラー撹拌した4 0℃の湯中に入れ10分間放置後、乾燥し、染毛状態を 目視で確認した。そして、表1に示す基準に従って評価 を行った。

#### 【0025】(2)耐シャンプー性評価

実施例および比較例の染毛料を中国人毛の毛束を用いて 染毛した。得られた染毛毛髪を、スターラー撹拌した4 0℃のシャンプー湯(市販シャンプー、2重量%液)中 に入れ10分間放置後、乾燥し、染毛状態を目視で確認 した。そして、表1に示す基準に従って評価を行った。

# [0026]

# 【表1】

評価基準	評価
よく染まっている 染まり方が悪い	0 4
あまり染まっていない	×

# 【0027】(3)官能評価

実施例および比較例の染毛料を5人のパネラーの白髪部を利用して試験した。使用1日後、1週間後、2週間後の状態について、良く染まっていると回答したパネラーの数で結果を集計した。結果は、たとえば回答数が5ならば全パネラーが良く染まっていると評価していることを示す。

# 【0028】実施例1

表2の処方にて、染毛料を調製した。なお、各微粒子粉体は事前にNーラウロイルーLーリジンにて表面処理したものを使用した。

[0029]

【表 2 】

配合成分	配合量
微粒子黑酸化鉄(平均一次粒子径 4 0 nm)	36重量部
微粒子低次酸化チタン(平均一次粒子径30mm)	4重量部
ポリエーテル変性シリコーン(HLB4)	2重量部
ジメチルポリシロキサン(10万cs)	1 重量部
オクタメチルシクロテトラシロキサン	57重量部

【0030】各成分をペイントシェーカーを用いて強分 散した。得られた分散液を容器に充填して製品とした。

事前にN-ラウロイルーL-リジンにて表面処理したも

のを使用した。

【0031】比較例1

[0032]

表3の処方にて、染毛料を調製した。なお、黒酸化鉄は

【表3】

配合成分	配合量
黒酸化鉄(平均一次粒子径250m)	40重量部
ポリエーテル変性シリコーン(HLB4)	2重量部
ジメチルポリシロキサン(10万cs)	1重量部
オクタメチルシクロテトラシロキサン	57重量部

【0033】各成分をペイントシェーカーを用いて強分 散した。得られた分散液を容器に充填して製品とした。

化鉄及び微粒子ベンガラは事前にNーラウロイルーLー リジンにて表面処理したものを使用した。

【0034】実施例2

[0035]

表4の処方にて、染毛料を調製した。なお、微粒子黒酸

【表4】

配合成分	配合	盘
微粒子黒酸化鉄 (平均一次粒子径40mm) 微粒子ペンガラ (平均一次粒子径40mm) 微粒子酸化珪素 (平均一次粒子径20mm) カーボンブラック (平均一次粒子径30mm) ポリエーテル変性シリコーン (HLB5) スクワラン メチルポリシロキサン (100万cs)	4. 1. 0. 2. 1.	0 重量部 0 重量部 5 重量部 5 重量部 0 重量部
メチルフェニルポリシロキサン オクタメチルシクロテトラシロキサン エタノール	41.	0 重量部 5 重量部 0 重量部

【0036】各成分をペイントシェーカーを用いて強分 散した。得られた分散液を容器に充填して製品とした。

た。その結果を表5に示す。

【表 5 】

[0041]

【0037】比較例2

実施例2の内、分散方法をプロペラ撹拌にした他は条件 を同一にして行った。

【0038】比較例3

市販2液式、永久染毛料を用いて比較例とした。

【0039】比較例4

市販部分染め染毛料を用いて比較例とした。

【0040】実施例1~2並びに比較例1~4につい て、前記耐温水性評価および耐シャンプー性評価を行っ

	耐温水性	耐シャンプ一性
実施例1 比較例1	0 4	0 4
実施例2 比較例2	0 ×	0 ×
比較例3 比較例4	0 4	O ×

【0042】表5の結果より、本発明の実施例は比較例と比べて、耐温水性、耐シャンプー性に優れていることが判る。実施例1と比較例1では、平均一次粒子径の異なる粉体を用いて試作を行った。粒子径が大きくなると凝集力が小さくなり、粒子がやや落ち易くなる傾向が認められた。また、実施例2と比較例2では、分散力を大きく変化させて試作を行った。なお、比較例の分散力は大変弱いものである。この場合、比較例の粒子は凝集力があまり働かず、毛髪表面から簡単に脱落してしまった。比較例3は毛髪が化学処理されたため、良く染まっていた。比較例4は髪が乾いている状態では良く染まっていたが、シャンプー水洗により流れ落ちてしまった。【0043】実施例1~2並びに比較例1~4について、前記官能評価を行った。その結果を表6に示す。

【0044】 【表6】

	評価 結果			
	1日後	1週間後	2 週間後	
実施例1	5	3	2	
比較例1	3	0	0	
実施例2	5	3	0	
比較例2	0	0	0	
比較例3	5	5	4	
比較例4	4	0	0	

【0045】表5では短期の結果を示したが、表6では 長期の試験結果を示している。本発明の実施例は、比較 例1、2、4と比べて耐久性に優れていることが判る。 しかしながら、比較例3ほどの耐久性は認められなかっ た。このことから、本発明の染毛料は、従来の酸化染料 等による永久染め程の耐久力はないが、一時染めよりは 強い耐久性を有していることが判る。

#### [0046]

【発明の効果】本発明の染毛料は、溶媒中に強分散した 微粒子粉体が溶媒除去時に強く凝集する性質を利用し て、毛髪表面に微粒子粉体をコーティングすることで、 手軽に耐久性のある染毛を行い得る。